

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-048715

(43)Date of publication of application : 21.02.2003

(51)Int.Cl. C01G 23/04  
B01F 3/12  
B01F 11/02  
B01J 13/00  
B01J 23/30  
B01J 35/02

(21)Application number : 2001-348329

(71)Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 14.11.2001

(72)Inventor : SAKATANI YOSHIKI  
KOIKE HIRONOBU  
ANDO HIROYUKI

(30)Priority

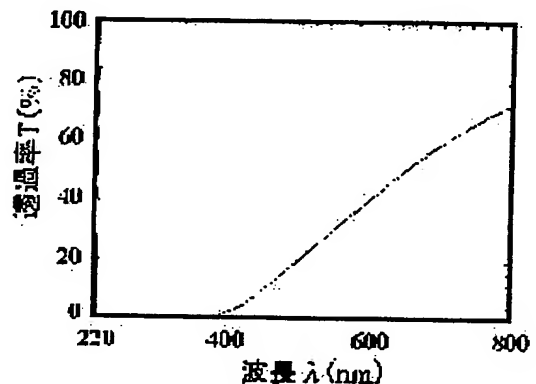
Priority number : 2001158522 Priority date : 28.05.2001 Priority country : JP

(54) CERAMICS DISPERSION LIQUID AND METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a ceramics dispersion liquid and a method for preparing the liquid by which a coating film showing high photocatalytic activity with respect to irradiation of visible rays can be formed.

SOLUTION: The ceramics dispersion liquid has such properties that an index X represented by formula (I)  $X=T2/T1$ , wherein T1(%) is the transmittance at 800 nm wavelength and T2(%) is the transmittance at 400 nm wavelength, is 0.175. The ceramics are oxides, nitrides, sulfides, oxynitrides or oxysulfides of one or more kinds of metal elements, for example, Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Tc, Re, Fe, Co, Ni, Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Ga, In, Tl, Ge, Sn, Pb, Bi, La and Ce.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-48715

(P2003-48715A)

(43) 公開日 平成15年2月21日 (2003.2.21)

| (51) Int.Cl. <sup>7</sup>           | 識別記号 | F I           | テグメント* (参考) |
|-------------------------------------|------|---------------|-------------|
| C 0 1 G 23/04                       |      | C 0 1 G 23/04 | Z 4 G 0 3 5 |
| B 0 1 F 3/12                        |      | B 0 1 F 3/12  | 4 G 0 3 6   |
| 11/02                               |      | 11/02         | 4 G 0 4 7   |
| B 0 1 J 13/00                       |      | B 0 1 J 13/00 | B 4 G 0 6 5 |
| 23/30                               |      | 23/30         | M 4 G 0 6 9 |
| 審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 7 頁) 最終頁に続く |      |               |             |

(21) 出願番号 特願2001-348329 (P2001-348329)

(22) 出願日 平成13年11月14日 (2001. 11. 14)

(31) 優先権主張番号 特願2001-158522 (P2001-158522)

(32) 優先日 平成13年5月28日 (2001. 5. 28)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 酒谷 能彰

愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学  
工業株式会社内

(72) 発明者 小池 宏信

愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学  
工業株式会社内

(74) 代理人 100093285

弁理士 久保山 隆 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セラミックス分散液およびその製造方法

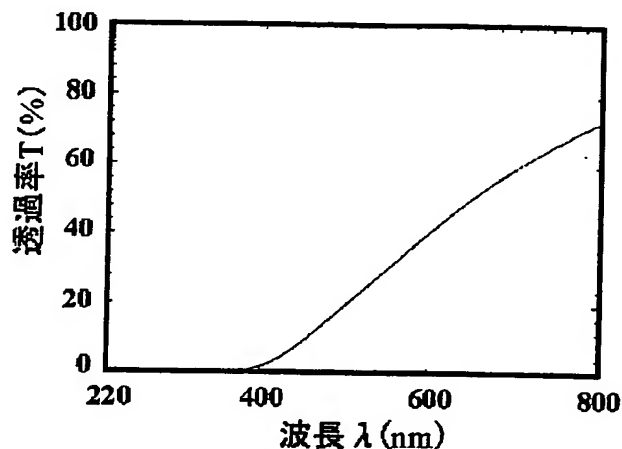
(57) 【要約】

【課題】 可視光線の照射に対して高い光触媒活性を示す塗布膜が形成可能なセラミックス分散液およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 波長800nmにおける透過率をT<sub>1</sub>(%)とし、波長400nmにおける透過率をT<sub>2</sub>(%)としたとき、下式 (I)

$$X = T_2 / T_1 \quad (I)$$

で示される指数Xが0.175以下であることを特徴とするセラミックス (例えば、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Tc、Re、Fe、Co、Ni、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Cu、Ag、Au、Zn、Cd、Ga、In、Tl、Ge、Sn、Pb、Bi、La、Ceのような金属元素の1種または2種以上の酸化物、窒化物、硫化物、酸窒化物または酸硫化物) 分散液。





## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 波長800nmにおける透過率を $T_1$ (%)とし、波長400nmにおける透過率を $T_2$ (%)としたとき、下式(I)

$$X = T_2 / T_1 \quad (I)$$

で示される指数 $X$ が0.175以下であることを特徴とするセラミックス分散液。

【請求項2】 透過スペクトルを測定したときの、波長400nm～420nmでのスペクトルの透過率の積算値を $A$ とし、波長780nm～800nmでのスペクトルの透過率の積算値を $B$ としたとき、下式(II)

$$Y = A / B \quad (II)$$

で示される指数 $Y$ が0.4以下である請求項1記載のセラミックス分散液。

【請求項3】 透過スペクトルを微分して得られる1次微分スペクトルについて、そのスペクトル強度が極大となる波長が400～760nmにある請求項2記載の分散液。

【請求項4】 セラミックスが平均粒子径500nm以下の粒子である請求項1～3のいずれか1項に記載のセラミックス分散液。

【請求項5】 セラミックスが酸化チタンである請求項1～4のいずれか1項に記載のセラミックス分散液。

【請求項6】 セラミックスと過酸化水素を混合し、得られる混合物に、当該セラミックスの結晶構造を実質的に変えない条件で、分散処理を施すことを特徴とするセラミックス分散液の製造方法。

【請求項7】 セラミックスが酸化チタンである請求項6記載の方法。

【請求項8】 分散処理が超音波照射により行われる請求項6または7記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、セラミックス分散液およびその製造方法に関するものである。このセラミックス分散液は、各種材料への光触媒膜、保護被膜、紫外線カット膜、着色膜、誘電体膜、磁性体膜、膜型センサー、導電性膜等に利用されるものである。

## 【0002】

【従来の技術】これまでに種々のセラミックス分散液が報告されている。特に近年、光触媒作用を示す塗布膜を形成するために用いるセラミックス分散液が注目されている。例えば、特開2000-302422号公報には、水溶性チタン化合物とリン酸化合物を水中で反応させて得られる水和リン酸チタン化合物のゾルに酸化チタン粒子を分散させることによって、光触媒となる酸化チタンが分散されたコーティング液を調製することが記載されている。また、光触媒膜を形成するための酸化チタンが水中に分散されたコーティング液も市販されている。ところが、従来公知の光触媒用酸化チタンコーティ

ング液から得られる塗布膜は、可視光線を照射したときの光触媒活性が必ずしも高いとはいえなかった。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明者らは、可視光線の照射に対して高い光触媒活性を示す塗布膜が形成できるセラミックス分散液、例えば酸化チタン分散液を開発すべく、研究を行った結果、セラミックス分散液の透過率特性と、得られる塗布膜の光触媒活性との間にある種の相関があること、そして、ある種の処理を施して所定の透過率特性を有するようにしたセラミックス分散液からは、可視光線の照射に対して高い光触媒活性を示す塗布膜が形成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、波長800nmにおける透過率を $T_1$ (%)とし、波長400nmにおける透過率を $T_2$ (%)としたとき、下式(I)

$$X = T_2 / T_1 \quad (I)$$

で示される指数 $X$ が0.175以下であることを特徴とするセラミックス分散液を提供するものである。

【0005】また本発明は、セラミックスと過酸化水素を混合し、得られる混合物に、当該セラミックスの結晶構造を実質的に変えない条件で、分散処理を施すことを特徴とするセラミックス分散液の製造方法を提供するものである。

## 【0006】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。本発明のセラミックス分散液は、波長800nmにおける透過率を $T_1$ (%)とし、波長400nmにおける透過率を $T_2$ (%)としたとき、前記式(I)で示される指数 $X$ が0.175以下のものである。なお、透過率 $T_1$ 、 $T_2$ は、紫外可視分光光度計を用いてセラミックス分散液の透過スペクトルを測定し、このスペクトルの波長400nm、800nmにおける透過率を読み取ることにより求めることができる。

【0007】前記指数 $X$ は、セラミックス分散液の透過率特性を表す指標であり、指数 $X$ が小さいことは、波長400nmにおける透過率が小さく、800nmにおける透過率が大いことを意味する。従来公知のセラミックス分散液の場合、同じセラミックス濃度では400nmにおける透過率が大い。セラミックス濃度を高くすると、400nmにおける透過率は小さくなるが、それとともに800nmの透過率も小さくなって、指数 $X$ は0.175より大きくなる。このように指数 $X$ が大いセラミックス分散液では、可視光線を照射したとき、高い光触媒活性を示す塗布膜を形成することができない。なお、セラミックスの濃度によって、その分散液の各波長における透過率自体は変化するが、濃度が変わっても、2点の波長における透過率の比は概ね一定であり、



上記の指数Xも、コーティングに適用できる濃度の範囲（通常0.1～30重量%）であれば、その濃度変化によらず、概ね一定となる。そこで本発明では、前記指数Xを0.175以下とする。この指数Xは小さいほど好ましく、例えば0.16以下、さらには0.155以下であるのが一層好ましい。

【0008】また本発明のセラミックス分散液は、透過スペクトルを測定したときの、波長400nm～420nmでのスペクトルの透過率の積算値をAとし、波長780nm～800nmでのスペクトルの透過率の積算値をBとしたときに、下式（II）

$$Y = A/B \quad (II)$$

で示される指数Yが0.4以下、さらには0.3以下、とりわけ0.23以下であるものが好ましい。分散液の前記指数Yが0.4を超えると、これを用いて得られる塗布膜は、可視光線の吸収量が少なくなり、可視光線の照射に対して十分な光触媒作用を示さない。透過率の積算値とは、縦軸に透過率、横軸に波長をとった透過スペクトルにおいて、指定された波長の範囲内で横軸と透過スペクトルとで囲まれた領域の面積を意味する。

【0009】さらに本発明のセラミックス分散液は、上の透過スペクトルを波長について微分して得られる1次微分スペクトル（以下、透過1次微分スペクトルという。）のスペクトル強度が極大となる波長が400nm以上、さらには450nm以上、とりわけ480nm以上、また760nm以下、さらには720nm以下、とりわけ670nm以下にあるものが好ましい。このような極大となる波長が特定範囲にある分散液を用いることにより、可視光線の照射に対して優れた光触媒活性を示す塗布膜を形成することができる。

【0010】本発明において、分散しているセラミックスは平均粒子径500nm以下の粒子であることが好ましく、さらには400nm以下、とりわけ380nm以下の粒子であることが好ましい。セラミックスが平均粒子径500nmを超える粒子であると、長期間保管したとき、セラミックスが沈降する不具合が生じることがある。セラミックスとしては、例えば、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Tc、Re、Fe、Co、Ni、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Cu、Ag、Au、Zn、Cd、Ga、In、Tl、Ge、Sn、Pb、Bi、La、Ceのような金属元素の1種または2種以上の酸化物、窒化物、硫化物、酸窒化物または酸硫化物等が挙げられる。中でも、Ti、WまたはNbの酸化物の適用が推奨され、とりわけ、結晶構造がアナターゼ型である酸化チタン〔TiO<sub>2</sub>〕が好ましい。

【0011】前記のアナターゼ型酸化チタンは、例えば、三塩化チタン〔TiCl<sub>3</sub>〕、四塩化チタン〔TiCl<sub>4</sub>〕、硫酸チタン〔Ti(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>・nH<sub>2</sub>O、0≤n≤20〕、オキシ硫酸チタン〔TiOSO<sub>4</sub>・nH

2O、0≤n≤20〕、オキシ塩化チタン〔TiOCl<sub>2</sub>〕のようなチタン化合物と、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、アンモニア、ヒドラジン、ヒドロキシルアミン、モノエタノールアミン、非環式アミン化合物、環式脂肪族アミン化合物のような塩基をpH2～7、好ましくはpH3～5で反応させ、得られる生成物にアンモニアのような塩基を添加、混合し、熟成した後、この熟成物を洗浄し、乾燥し、焼成する方法、または冷却したアンモニアのような塩基に、攪拌しながら、オキシ硫酸チタン水溶液を95℃以下のエバポレーターにてTiOSO<sub>4</sub>換算で50重量%以上となるまで濃縮して得られる固体のオキシ硫酸チタンを添加して、40℃以下で反応させた後、この生成物を固液分離して得られる固形物を洗浄、乾燥し、300℃～500℃で焼成する方法等で調製することができる。この酸化チタンには、必要に応じて、タングステン酸化物、ニオブ酸化物、鉄酸化物、ニッケル酸化物のような固体酸性を示す化合物またはランタン酸化物、セリウム酸化物のような固体塩基性を示す化合物、またインジウム酸化物やビスマス酸化物のような可視光線を吸収する金属化合物を担持してもよい。

【0012】本発明において、前記セラミックスを分散させる分散媒には、各種の水性媒体を適用することができる。水性媒体としては、水、過酸化水素水等が挙げられ、水には夾雑イオンの少ないイオン交換水が好ましく用いられる。

【0013】本発明のセラミックス分散液は、例えば、セラミックスと過酸化水素を混合し、得られる混合物に分散処理を施すことにより得ることができる。

【0014】ここで用いられるセラミックスは、X線回折で求められる結晶構造をもつ、金属元素と酸素、窒素またはイオウとの化合物であればよく、例えば、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Tc、Re、Fe、Co、Ni、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Cu、Ag、Au、Zn、Cd、Ga、In、Tl、Ge、Sn、Pb、Bi、La、Ceのような金属元素の酸化物、窒化物、硫化物、酸窒化物または酸硫化物等である。これらは1種または2種以上組合せて用いることができる。

【0015】セラミックスと混合される過酸化水素は、通常、濃度0.1重量%以上、30重量%以下の水溶液である。過酸化水素の濃度が30重量%を超えると、分散処理するとき、過酸化水素の分解が急激に起きることがある。過酸化水素の濃度が0.1重量%未満であると、得られるセラミックス分散液は安定性が低下して、長期間保存したとき、分散液中のセラミックスの一部が沈降することがある。過酸化水素の混合量は、セラミックスに対して、通常0.01モル倍以上、好ましくは1モル倍以上、また400モル倍以下、好ましくは50モル倍以下である。



【0016】分散処理は前記セラミックス主成分の結晶構造を実質的に変えることなく、すなわちセラミックス主成分について、相転移させることなくX線回折スペクトルから求められる結晶構造を保持することができる条件で行う。そのため、分散処理は85℃未満の温度で行うことが推奨される。セラミックスの結晶構造を保持する観点からは、低温で分散処理を行うことが好ましく、80℃以下、さらには75℃以下で行うことが好ましい。一方、分散処理の温度があまり低くなると、得られるセラミックス分散液の安定性が低下することがあるので、10℃以上、さらには20℃以上が適当である。分散処理は、例えば、超音波照射による方法、湿式ミル等による方法、または混合物を急激に減圧したり、高速回転する羽根で攪拌して、液中に空洞（キャビティ）を発生させ、その空洞が消滅するときに生じる圧力変化を利用する方法で行うことができる。これらの方法は、単独で行うこともできるし、2以上組合せて行うこともできる。本発明では、特に、超音波照射による方法が推奨される。この方法の場合、分散処理は、セラミックス1g当り超音波出力として通常1Wh以上、好ましくは10Wh以上、また10kWh以下、好ましくは3kWh以下となる条件で行われる。

【0017】分散処理の時間は、分散処理の温度、使用する装置の種類に応じて適宜選択すればよく、通常1分以上、好ましくは1時間以上、また50時間以内、好ましくは24時間以内である。

【0018】分散処理された混合物には、必要に応じて、遠心分離による粗大粒子を除去する操作、希釈によるセラミックス含有量を調整する操作、または酸もしくは塩基を添加することによるpHを調整する操作が施される。このとき用いる酸としては、例えば、塩酸、硝酸、リン酸、硫酸等が挙げられ、塩基としては、例えば、アンモニア、尿素、ヒドラジン、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化セシウム、水酸化ルビジウム等が挙げられる。

【0019】分散処理された混合物または任意の前記操作を施された混合物は、セラミックス分散液として使用することができる。分散液のセラミックス含有量は、塗布対象である基材の種類、所望とする塗布膜の厚み等に依りて適宜選択すればよいが、通常0.1～30重量%である。このセラミックス分散液を硝子、プラスチック、金属、陶磁器のような基材に塗布し、乾燥することにより、基材上にセラミックス塗布膜を形成することができる。

【0020】本発明のセラミックス分散液は、可視光線が当たらない条件で保管することが好ましく、例えば暗室で保管したり、または遮光性容器に入れて保管することが好ましい。本発明のセラミックス分散液を透明ガラス製容器に入れて、照明装置がある屋内に長期間保管した場合には、セラミックス粒子の高い分散性を維持する

のが困難になることがある。

#### 【0021】

【実施例】以下、本発明を実施例により詳細に説明する。本実施例では、光触媒用酸化チタン分散液について述べるが、本発明は本実施例に限定されるものではない。なお、酸化チタン分散液の透過率、その積算値および透過1次微分スペクトルのスペクトル強度が極大となる波長ならびに酸化チタンの平均粒子径および結晶構造は以下の方法で求めた。

10 【0022】透過率(%)、透過率の積算値：横1cm、縦1cm、高さ4.5cmの石英製セルの1つに、固形分濃度0.2重量%に調節した試料（酸化チタン分散液）を入れ、同型石英セルの他の1つに水を入れ、積分球を備えた紫外可視分光光度計（商品名“UV-2500PC”、島津製作所製）を用いて、後者のセルを参照セルとし、硫酸バリウムを標準白板として、酸化チタン分散液の透過スペクトルを測定した。このスペクトルから、波長800nmにおける透過率 $T_1$ (%)および400nmにおける透過率 $T_2$ (%)を求めた。また、  
20 波長400nm～420nmでのスペクトルの透過率を積算して積算値Aを求め、波長780nm～800nmでのスペクトルの透過率を積算して積算値Bを求めた。

【0023】透過1次微分スペクトルのスペクトル強度が極大となる波長(nm)：紫外可視分光光度計（商品名“UV-2500PC”、島津製作所製）付属のソフトウェアを用いて、上で得た透過スペクトルのうち、波長400～760nmのスペクトルを波長 $\lambda$ について $\Delta\lambda=40$ nmの条件で微分して、透過1次微分スペクトルを求めた。さらに、このソフトウェアを使って、透過1次微分スペクトルのスペクトル強度が極大となる波長を求めた。

【0024】平均粒子径(nm)：サブミクロン粒度分布測定装置（商品名“N4Plus”、コールター製）を用いて、試料の粒度分布を測定し、累積50重量%径を求め、これを平均粒子径とした。

【0025】結晶構造：X線回折装置（商品名“RAD-IIA”、理学電機製）を用いて、試料のX線回折スペクトルを測定し、そのスペクトルから主成分の結晶構造を求めた。

#### 【0026】実施例1

40 【光触媒用酸化チタンの調製】オキシ硫酸チタン（ティカ製）3388gを水2258gに溶解させ、オキシ硫酸チタン水溶液を得た。pH電極と、このpH電極に接続され、25重量%アンモニア水（試薬特級、和光純薬工業製）を供給してpHを一定に調節する機構を有するpHコントローラとを備えた反応容器に水4702gを入れた。pHコントローラのpH設定値を4とし、水のpHを設定値に調節した。この反応容器内に、117rpmで攪拌しながら、上で得られたオキシ硫酸チタン水溶液5646gを13ml/minで添加し、pHコ



ントローラにより反応容器内に供給されるアンモニア水と反応させた。オキシ硫酸チタン水溶液の添加終了後、更にアンモニア水を添加して、スラリーを得た。ここまでに添加した25重量%アンモニア水の量は3746gであった。このスラリーを濾過して得られた固形物をイオン交換水で洗浄し、乾燥して、粉末を得た。この粉末を450℃の空气中で1時間焼成して、粒子状アナターゼ型酸化チタンを調製した。ついで、パラタングステン酸アンモニウム5水和物 $((\text{NH}_4)_{10}\text{W}_{12}\text{O}_{41} \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ 、和光純薬工業製) 64gを1571gのイオン交換水に溶解させて、パラタングステン酸アンモニウム水溶液を調製した。このパラタングステン酸アンモニウム水溶液に、上で得られた粒子状アナターゼ型酸化チタン450gを添加し、常温常圧下で20分間攪拌した。ついで、この混合物を、攪拌しながら、減圧下、55℃～60℃の条件で水分を蒸発させた後、390℃の空气中で1時間焼成して、光触媒用酸化チタンを得た。この光触媒用酸化チタンは、酸化チタンの上に該酸化チタンのチタンに対してタングステン換算で5mol%の酸化タングステンを有するものである。

【0027】〔光触媒用酸化チタン分散液の調製〕上で得られた光触媒用酸化チタン300gをイオン交換水に懸濁し、得られた酸化チタンスラリー3010gを媒体攪拌式粉碎機(商品名“ダイノミル KDL-PILOT型”、シンマルエンタープライズ製)を用いて、媒体：外径0.65mmのジルコニア製ビーズ、攪拌羽根の周速：10m/min、処理時間：30minの条件で、分散処理した。0.5Lのフラスコに、この分散処理後の酸化チタンスラリー16g、30重量%過酸化水素水11gおよびイオン交換水141gを入れて混合スラリーとした後、このフラスコを、水を入れた超音波照射槽(商品名“UE-400F28S-1E”、周波数：28kHz、発振方式：自振発振、占有周波数帯幅または周波数変動幅：±1.5kHz、高周波出力：400W、負荷と電極との結合方式：誘導結合、超音波工業製)の中に置いた。フラスコ内の混合スラリーに、700rpmで攪拌し、かつスラリー温度を55～70℃の範囲に保持しながら、超音波を8時間照射して、分散処理した。ここで用いた過酸化水素の量は、光触媒用酸化チタンに対して、5.3モル倍であった。また、このときの超音波照射の出力は、光触媒用酸化チタン1g当たり2kWhであった。超音波照射後の混合スラリーを遠心分離し、上澄みを分取して、均質な光触媒用酸化チタン分散液を得た。この分散液は、固形分濃度が0.28重量%であり、固形分の平均粒子径が375nmであり、また固形分は、結晶構造がアナターゼ型である酸化チタンが主成分であった。分散液に水を加えて、固形分濃度を0.2重量%に調整した後、分散液の透過スペクトルを測定した。この透過スペクトルを図1に、波長800nmにおける透過率 $T_1$ 、波長400nmにおける

透過率 $T_2$ 、波長400nm～420nmでのスペクトルの透過率の積算値A、波長780nm～800nmでのスペクトルの透過率の積算値B、指数 $X(=T_2/T_1)$ および指数 $Y(=A/B)$ を表1に示す。また透過1次微分スペクトルを図2に、そのスペクトル強度が極大となる波長を表1に示す。

【0028】〔酸化チタン塗布膜の形成〕上で得られた固形分濃度0.28重量%の光触媒用酸化チタン分散液を、縦76mm、横26mm、厚さ1mmのスライド硝子に塗布した後、スピンコーター(商品名“1H-D3”、ミカサ製)を用いて、300rpmで3秒間、ついで500rpmで20秒間回転させて、過剰の分散液を取り除いた後、スライド硝子を150℃で乾燥した。スライド硝子に分散液を塗布、乾燥する操作を合計3回行って、スライド硝子の片面全体に酸化チタン塗布膜を形成した。

【0029】〔酸化チタン塗布膜の活性評価〕直径8cm、高さ10cm、容量約0.5Lの密閉式ガラス製反応容器内に、上で形成した、酸化チタン塗布膜を有するスライド硝子を置いた。反応容器内を酸素と窒素との体積比が1：4である混合ガスで満たし、アセトアルデヒドを13.4μmol封入し、反応容器の外から可視光線を照射した。可視光線の照射には、500Wキセノンランプ(商品名“ランプUXL-500SX”、ウシオ電機製)を取り付けた光源装置(商品名“オブティカルモジュレックスSX-UI500XQ”、ウシオ電機製)に、波長約430nm以下の紫外線をカットするフィルター(商品名“Y-45”、旭テクノガラス製)と波長約830nm以上の赤外線のカットするフィルター(商品名“スーパーコールドフィルター”、ウシオ電機製)とを装着したものを光源として用いた。可視光線の照射によりアセトアルデヒドが分解すると、二酸化炭素が発生するので、二酸化炭素の濃度を光音響マルチガスモニタ(1312型、INNOVA製)で経時的に測定し、濃度変化より算出した二酸化炭素の生成速度により、酸化チタン塗布膜のアセトアルデヒドに対する光触媒作用を評価した。このときの二酸化炭素の生成速度は0.32μmol/hであった。

#### 【0030】比較例1

市販の光触媒用酸化チタンコーティング剤(商品名“TKC-302”、固形分濃度：2.3重量%、分散液中酸化チタンの平均粒子径：54nm、テイカ製)について、その固形分濃度を0.2重量%に調整した後、このコーティング剤の透過スペクトルを測定した。その結果を図3および表1に示す。また透過1次微分スペクトルを図4に示す。なお、この透過1次微分スペクトルは、波長410～760nmの範囲に極大値をもつことはなかった。

【0031】さらに、上記市販の光触媒用酸化チタンコーティング剤(商品名“TKC-302”)を用いた以



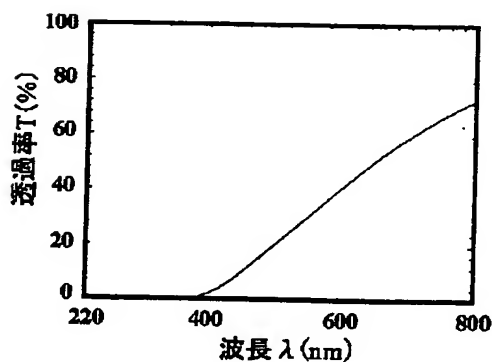
外は、実施例1の〔酸化チタン塗布膜の形成〕と同じ操作を行い、スライド硝子の片面全体に酸化チタン塗布膜を形成した。こうして酸化チタン塗布膜を形成したスライド硝子について、実施例1の〔酸化チタン塗布膜の活性評価〕と同じ方法で活性を評価した。このときの二酸化炭素の生成速度は $0.15 \mu\text{mol/h}$ であった。

【0032】

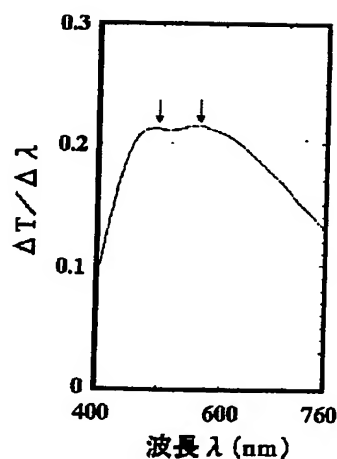
【表1】

|                                 | 実施例1    | 比較例1  |
|---------------------------------|---------|-------|
| 波長800nmにおける透過率 $T_1$ (%)        | 73.04   | 83.29 |
| 波長400nmにおける透過率 $T_2$ (%)        | 1.58    | 15.25 |
| 指数 $X (=T_2/T_1)$               | 0.022   | 0.183 |
| 波長400nm~420nmでのスペクトルの透過率の積算値A   | 51.32   | 389.1 |
| 波長780nm~800nmでのスペクトルの透過率の積算値B   | 1440    | 1654  |
| 指数 $Y (=A/B)$                   | 0.036   | 0.235 |
| 透過1次微分スペクトルのスペクトル強度が極大となる波長(nm) | 492、561 | なし    |

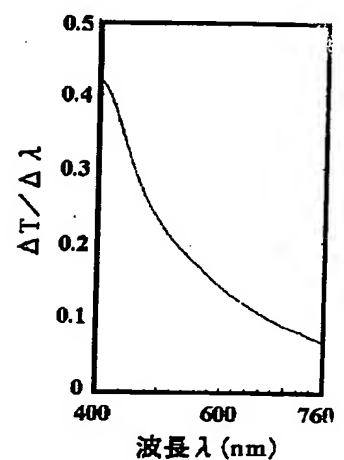
【図1】



【図2】



【図4】



【0033】

【発明の効果】本発明のセラミックス分散液によれば、硝子、プラスチック、金属、陶磁器のような基材に高い光触媒活性を示す塗布膜を形成することができる。また、本発明方法によれば、前記セラミックス分散液を容易に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 実施例1で用いた光触媒用酸化チタン分散液の透過スペクトル。

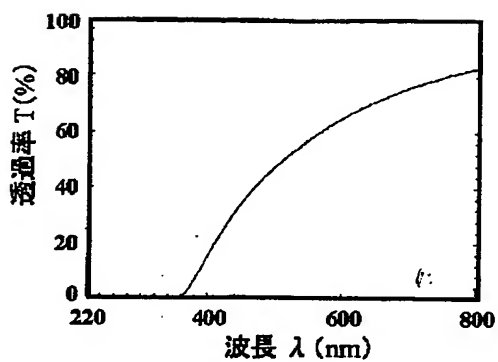
【図2】 実施例1で用いた光触媒用酸化チタン分散液の透過1次微分スペクトル。

【図3】 比較例1で用いた光触媒用酸化チタンコーティング剤の透過スペクトル。

【図4】 比較例1で用いた光触媒用酸化チタンコーティング剤の透過1次微分スペクトル。



【図3】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>  
B 0 1 J 35/02

識別記号

F I  
B 0 1 J 35/02

テ-マ-ト (参考)  
J

(72)発明者 安東 博幸  
愛媛県新居浜市惣開町 5 番 1 号 住友化学  
工業株式会社内

F タ-ム (参考) 4G035 AB43 AE19  
4G036 AB21  
4G047 CA02 CB05 CC03 CD03  
4G065 AA01 AA06 AA10 BB03 CA11  
DA04 DA06 DA09 EA03 EA10  
FA02  
4G069 AA02 AA03 AA08 BA04A  
BA04B BA48A BB06B BC60B  
CA10 DA05 EE01 FB09